

Опыт использования конфокальной микроскопии комбинационного рассеяния для исследования композиционных наноматериалов

Д.О. Аликин, В.Я. Шур, П.С. Зеленовский, Е.В. Николаева, М.С. Небогатилов

*УЦКП «Современные нанотехнологии» УрГУ, Уральский госуниверситет им. А.М. Горького
620000, Екатеринбург, пр. Ленина, 51
denis.alikin@labfer.usu.ru*

В работе представлены результаты использования сканирующей лазерной конфокальной микроскопии комбинационного рассеяния (СЛКМ-КР) вкупе со сканирующей с зондовой микроскопией (СЗМ) для исследования композиционных наноматериалов и наноразмерных включений различной природы.

Измерения СЛКМ-КР проводились при помощи зондовой НаноЛаборатории NTEGRA Spectra (ЗАО "НТ-МДТ", Зеленоград). НаноЛаборатория представляет собой многофункциональный комплекс, включающий в себя оптический микроскоп, сканирующий лазерный конфокальный микроскоп, спектрометр комбинационного рассеяния (КР) и универсальный модуль СЗМ.

Методика СЛКМ-КР заключается в последовательной записи спектров КР в дискретных точках на поверхности образца с заданным пространственным смещением. Основные параметры спектральных линий могут быть представлены в виде двумерной числовой матрицы. Для преобразования матрицы в двумерное изображение диапазону значений матрицы ставится в соответствие цветовая палитра. СЛКМ-КР открывает уникальную возможность получения изображений исследуемой поверхности, соответствующих распределению интенсивности различных линий спектра КР с пространственным разрешением до 300 нм в поперечном направлении. Поскольку КР исключительно чувствительно к химическому и фазовому составу, методика СЛКМ-КР позволяет с высоким пространственным разрешением измерять пространственное распределение фаз по поверхности образца и выявлять объекты для дальнейшего исследования с предельным разрешением с помощью СЗМ методов.

В рамках данной работы методика СЛКМ-КР применялась для определения положения и размеров наноалмазов в никелевой связке образцов режущих кромок инструментов (Алмазных Кругов с Внутренней Режущей кромкой – АКВР, РОСНАНО) и для характеристики включений в многослойных плёнках (Уралпластик-Н).

В АКВР методика СЛКМ-КР выявила наличие агрегатов наноалмазов размером от 500 нм до 2 мкм. Дальнейшие исследования при помощи СЗМ показали, что наличие агрегатов наноалмазов качественно изменяет морфологию никелевой связки. Никелевая связка без наноалмазов состоит из зерен размерами менее микрона с существенной долей зерен размерами менее 300 нм. В никелевой связке с агрегатами наноалмазов наряду с субмикронными зёрнами формируются сравнительно крупные зёрна с качественно иной морфологией размерами до 3 мкм.

В многослойных плёнках методика СЛКМ-КР использовалась для выявления возможности перемешивания материалов различных слоёв плёнки и для определения состава включений в плёнке. Обнаружено, что в ходе технологического процесса изготовления многослойных плёнок действительно происходит незначительное перемешивание слоёв, однако по величине концентрация материала одного слоя в другом составляет всего несколько процентов, что не влияет на свойства плёнок. Проанализированы также включения, появляющиеся в ходе изготовления плёнки. Показано, что они действительно связаны с добавлением в исходный расплав порошка CaCO_3 . При этом размер возникающих кластеров составляет от 500 нм до нескольких микрон.